



INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

(11) *Número de Publicação*: PT 1032465 E

(51) *Classificação Internacional*: (Ed. 6)
B01D011/02 A

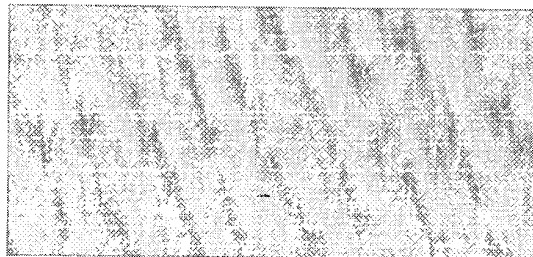
(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) <i>Data de depósito</i> : 1998.11.19	(73) <i>Titular(es)</i> : ATO B.V. P. O. BOX 17 6700 AA WAGENINGEN NL
(30) <i>Prioridade</i> : 1997.11.20 NL 1007588	
(43) <i>Data de publicação do pedido</i> : 2000.09.06	(72) <i>Inventor(es)</i> : HUBERTUS CORNELIS LANGELAAN PAUL VINCENT BARTELS STEPHAN HENRICK DICK HULLEMAN NL NL NL
(45) <i>Data e BPI da concessão</i> : 2001.06.20	(74) <i>Mandatário(s)</i> : MANUEL ANTÓNIO DURÃES DA CONCEIÇÃO ROCHA RUA D. JOÃO V, 9, 2º AND.-DTO. 1250 LISBOA PT

(54) *Epígrafe*: MÉTODO PARA A EXTRACÇÃO DE UMA SUBSTÂNCIA A PARTIR DE UM MATERIAL DE PARTIDA E UM APARELHO DESTINADO A EXTRACÇÃO PARA LEVAR A CABO ESSE MÉTODO

(57) *Resumo*:

MÉTODO PARA A EXTRACÇÃO DE UMA SUBSTÂNCIA A PARTIR DE UM MATERIAL DE PARTIDA E UM APARELHO DESTINADO A EXTRACÇÃO PARA LEVAR A CABO ESSE MÉTODO





MEMORIA DESCRITIVA

MÉTODO PARA A EXTRACÇÃO DE UMA SUBSTÂNCIA A PARTIR DE UM MATERIAL DE PARTIDA E UM APARELHO DESTINADO A EXTRACÇÃO PARA LEVAR A CABO ESSE MÉTODO

A invenção refere-se a um método para a extracção de uma substância a partir de um material de partida, onde o material de partida é reunido com um fluido de extracção em um extrusor, onde o material de partida se desliza ao comprimento de um canal de extrusão em um dispositivo transportador e onde o extrusor contém ao menos dois elementos para aumentar a pressão situada em outro lugar, com uma zona de baixa pressão entre esses elementos e uma zona de alta pressão situada debaixo destes.

Na indústria dos produtos alimentícios, os tipos de resíduos orgânicos e os tipos de produtos específicos contém frequentemente componentes de grande valor. Esses componentes devem ser extraídos das correntes de produtos por lotes. Com as técnicas conhecidas até ao momento, o material de partida é normalmente prensado seguido de precipitação, limpeza por fervido ou mediante uma correia de pressão, utilizando grandes quantidades de fluido de extracção.

Também é conhecida a produção de pasta de papel derivada de madeira branqueada de forma mecânica-química a partir de pedaços de madeira introduzindo estes últimos através de um extrusor de dois parafusos como o que fabrica, Clextral com o nome comercial de Bivis. Neste processo utilizam-se

vários elementos de rosca com passo oposto (elementos de rosca invertidos) na carcaça do extrusor com o objectivo de criar zonas submetidas a uma pressão para conseguir um amassado intensivo do produto. Injetam-se produtos químicos como NaOH e NaHSO₃ assim como vapor na carcaça do extrusor e descargam-se do extrusor em corrente paralela ao material de partida.

Um processo deste tipo apresenta a desvantagem de que não é óptimo para a extracção e de que o material de partida pode ser forçado a sair da carcaça do extrusor submetendo-o a pressão nos pontos de derivação. Como resultado disto, limita-se o número de pressão que se pode utilizar e o número de concentrações de substâncias que se podem extrair mediante um processo de extracção são normalmente baixas.

A FR 2 619 514 descreve um processo de extracção que utiliza um extrusor de dois parafusos e onde a extracção tem lugar a pressão relativamente baixa por meio de vários processos conectados em série em corrente paralela.


A WO/ 90/10484 descreve um método de extracção mediante o qual o material de partida é deslocado através de um extrusor de um só parafuso em contracorrente com um solvente. Com o aparelho conhecido que tem um único parafuso, só sendo possível, em certa medida, a expressão do material de partida mediante solvente de extracção na zona de compressão já que se utiliza muito fluido, não se continua transportado nenhum sólido. Também se pode realizar a extracção a alta pressão mediante o aparelho conhecido, pois o fluxo do material de partida e o solvente de extracção estão muito integrados, de modo que a extracção se realiza de maneira relativamente ineficaz.

Por isso, um dos objectivos da presente invenção é proporcionar um processo de extracção onde se possam empregar pressões relativamente elevadas, com o que se possa conseguir uma boa mistura do material de partida junto com o fluido de extracção, com o que se consiga obter um alto rendimento e com o que se reduza o risco de que o material de partida seja expulso da carcaça através das aberturas de descarga.

Outro objectivo da presente invenção consiste em proporcionar um processo de extracção que se possa operar de modo continuo e mediante o qual se possa extrair com alta selecção em diferentes substâncias a partir de um material de partida.

Para ele, o método segundo a presente invenção está caracterizado pelo facto de que o fluido de extracção é introduzido no extrusor através de uma abertura de alimentação situada na zona de alta pressão ou perto desta e, a continuação, é trasladada de baixa pressão em direcção oposta à direcção de transporte do material de partida e descargado do extrusor através de uma abertura de descarga que está situada na zona de baixa pressão ou perto desta, estando o material de partida localizado continuamente na zona de baixa pressão na direcção de transporte e levando-se a cabo uma descarga continua do material de partida desde a zona de alta pressão na direcção de transporte.

Segundo a invenção, o fluido de extracção é subministrado a extrusor e introduzido em contracorrente sobre uma provisão continua de material de partida através do canal de extrusão. Surpreendentemente, descobriu-se que o material que deve ser extraído é altamente triturado nas zonas de alta pressão, de maneira que se obtém uma relação área de superfície/volume muito alta tendo lugar uma mistura muita boa com o fluido de extracção (solvente), como resultado do qual é possível conseguir uma extracção eficaz por meio da



contracorrente com um rendimento de extracção muito elevada. Ao situar as aberturas de descarga de forma que recebam o fluido de extracção nas zonas de baixa pressão ou perto delas, também se pode aumentar a pressão no aparelho destinado à extracção até alcançar níveis relativamente altos como, por exemplo, superiores a 10 bares, sem que o material de partida seja expulsado através das aberturas de descarga. A estas pressões tão altas, a solubilidade do fluido de extracção é elevada e pode-se levar a cabo a extracção de maneira eficiente. À pressão alta, a substância que deve ser extraída pode ser dissolvida mais rapidamente ao passar por um solvente arbitrário em contracorrente como, por exemplo, água ou uma solução salina. Mediante uma descarga por separado do fluido de extracção do extrusor, enquanto que o material de partida segue sendo transportado ao comprimento do canal de extrusão, pode-se obter uma substância de grande qualidade como pode ser um condensado de oligómeros ou de polímeros, de maneira eficaz e continua a partir de um fluxo residual ou de desfeito de baixa qualidade. A fracção residual triturada insolúvel extraída, por exemplo, pode seguir sendo transportada a uma segunda zona de baixa e alta pressão, subministrando uma vez mais um fluido de extracção que é descarregado perto da segunda zona de baixa pressão. Deste modo pode-se extrair outra substância a partir do material de partida com uma selecção relativamente alta. As propriedades do produto extraído podem ser controladas seleccionando o fluido de extracção utilizado, as pressões e temperaturas específicas que se dão no extrusor, a relação material de partida/fluido de extracção, o tempo de contacto e semelhantes.

Os exemplos de substâncias extraídas incluem metabolitos secundários, como substâncias olorosas, corantes e aromatizantes como, por exemplo, carvona e limoneno de sementes de alcaravea, baunilha de bainhas de baunilha ou pentosanes de resíduos de trigo, pectina de casca de cítricos e inulina extraída da chicória. Além disso, o método segundo a invenção também pode ser

utilizado com materiais inorgânicos como, por exemplo, na extracção de resíduos catalisados a partir de polímeros. Com o método segundo a presente invenção também se pode utilizar vantajosamente um fluido de extracção em estado supercritico, como CO₂ a 75 bares e 35°C como fluido de extracção. O estrato supercritico pode ser mantido durante toda a extracção.

Numa forma de realização do método segundo a invenção, depois da fase de extrusão, o material de partida extruído é introduzido em uns meios de secado ou de pressão. Desta forma, pode-se processar o material de partida de maneira que dê como resultado, por exemplo, tabuleiro de fibras, grânulos de alimento para o gado e revestimentos para o solo de uma câmara para tostar.

O aparelho destinado à extracção segundo a invenção compreende um extrusor, por exemplo um extrusor com múltiplos parafusos, com uma abertura de descarga situada na zona de baixa pressão ou perto dela na parede do canal de extrusão para a descarga do fluido de extracção. A abertura de descarga está fornecida de meios de crivo. Uma abertura de alimentação está feita na parede do canal de extrusão em ou perto da zona submetida de alta pressão localizada na parte inferior da zona de baixa pressão.

Preferentemente, o passo do parafuso do extrusor é relativamente grande nas zonas de baixa pressão e relativamente pequena nas zonas de alta pressão. Desta maneira, a pressão que se dá no extrusor pode ser controlada de um modo simples ajustando o passo do parafuso. Também sendo possível criar zonas de alta pressão e zonas de baixa pressão invertendo localmente o passo do parafuso com respeito ao passo da parte de transporte do parafuso.

O aparelho destinado à extracção segundo a invenção conta com uma construção modular e compõe-se de módulos que possam ser unidos entre si. Isto pode-se levar a cabo mediante elementos de acoplamento como podem ser *bridas* exteriores que podem ser conectadas entre si. Ajustando o número de módulos podem-se extrair tantas substâncias do material de partida como seja necessário com a ajuda de vários fluidos de extracção diferentes. A força das obturações *dinâmicas* formadas pelos elementos de rosca com o passo oposto e a pressão que essas obturações são capazes de suportar depende da geometria do elemento de rosca e das propriedades reológicas (o modo em que o material é deformado ao submetê-lo à influência de uma força) do material com o que se recheia o extrusor. Pode-se ajustar as propriedades reológicas misturando o material de partida com um outro plastificante ou lubrificante, como, por exemplo, no caso de sementes de alcaravia como material de partida onde a adição de uma quantidade pequena de água tem uma influência substancial sobre as propriedades nas obturações.

Em continuação explicar-se-á a invenção com mais detalhe fazendo referência à única figura anexa.

A figura mostra um aparelho destinado à extracção 1 que conta com um canal de extrusão 2 que está rodeado por uma parede cilíndrica 3. Dois parafusos S, que se acoplam parcialmente um ao outro e têm elementos de rosca ou módulos S1, S2 de diferente passo, estão situados no canal de extrusão 2. Os elementos de rosca S3, S4 que têm um passo oposto ao dos elementos de rosca S1, S2 também se situam no canal de extrusão 2. Os elementos de amassado S5, S6 podem ser colocados entre os elementos de rosca. Mediante os elementos de rosca S1, S2 de diferentes passos, os elementos de amassado S5, S6 e os elementos de rosca S3, S4 de passo oposto, formam-se zonas de alta pressão h no canal de extrusão 2. As zonas de alta pressão h situam-se na parte superior

dos elementos de rosca S3, S4 de passo oposto, perto destes. As zonas de pressão relativamente baixa situam-se no canal de extrusão 2 nas posições indicadas mediante o símbolo "l", em cada caso na parte inferior dos elementos de rosca S3, S4 do passo oposto.

As aberturas de alimentação t2, t3 e t4 são feitas na parede 3 no lugar onde se situam as de alta pressão h. O fluido de extracção pode ser introduzido por meio de um dispositivo de injeção através das aberturas de alimentação t2, t3 e t4 no canal de extrusão 3. As aberturas de descarga a2, a3 e a4 são realizadas na parede 3 na zona em que se situam as zonas de baixa pressão 1. O fluido de extracção introduzido através de uma *abertura* de alimentação t2, t3 e t4 move-se em contracorrente sobre o material que o parafuso S desloca na direcção de transporte T até uma respectiva descarga a2, a3 e a4. Com esta disposição, forma-se um espaço de extrusão eficaz, entre cada dois elementos de rosca S3, S4 de passo oposto situados a uma certa distância. Devido a que as aberturas de descarga a2, a3 e a4 se situam perto da zona de baixa pressão desse espaço de extrusão, podem-se aumentar relativamente as pressões nesse espaço sem que o material transportado através das aberturas de descarga seja expulsado. A consequência das altas pressões, sendo possível levar a cabo uma extracção eficaz devido a que a solubilidade do solvente de extracção é relativamente alta a estas pressões. As aberturas de descarga a2, a3 e a4 contam cada uma com um dispositivo de *filtragem*, de modo que só o fluido de extracção possa passar através delas, enquanto que o material de partida permanece no canal de extrusão 2.

O material de partida pode ser subministrado no canal de extrusão 2 através de um canal de enchido 4. Nesse momento, já se pode agregar um reactivo ou um fluido de extracção ao material de partida no sítio onde está situado o canal de enchido 4. Também sendo possível levar a cabo um pré-tratamento do material

de partida numa fase de extracção de múltiplos passos agregando um reactivo através da abertura de alimentação t1 e a descarga desse reactivo através da abertura de descarga a1. Uma instalação de secado ou uma instalação de pressão 5, na que se formam os tabuleiros de fibras, os grânulos e outros semelhantes a partir do material residual extraído, encontra-se situado no extremo do aparelho destinado à extracção 1.

A longitude do aparelho de extracção no modo em que se mostra na figura 1 tem, por exemplo, 2 metros para um diâmetro de 44 mm. Preferentemente, o aparelho é de construção modular com os módulos M1, M2, M3 que podem ser unidos entre si. Cada módulo M1, M2, M3 tem bridas exteriores 6, 7 que, mediante *passadores* que não se mostram na figura, pode acoplar-se a outras bridas similares de um módulo adjacente. Cada módulo M1, M2, tem um parafuso transportador e/ou um elemento de rosca para de passo oposto e/ou um elemento de amassado e pode *estar* fornecido de uma abertura de alimentação ou uma abertura de descarga na parede 3. Ao usar o aparelho destinado à extracção descrito anteriormente obtém-se um sistema aberto onde, apesar de tudo, se podem alcançar pressões muito altas.

Com o objectivo de ilustrar a eficácia do processo de extracção segundo a presente invenção, levou-se a cabo uma extracção de açúcares de chicória com ajuda de um extrusor de dois parafusos solidários Clextral modelo BC45.

A construção de rosca é modular e segue os princípios ilustrados na única figura. Construiu-se um extrusor a partir de 14 elementos de rosca separados segundo a

Tabela 1:

TABELA 1														
Elemento n°.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Tipo de parafuso	TZ	TZ	TZ	TZ	RS E	RS E	TZ	TZ	TZ	TZ	RS E	RS E	RS E	Argola
Longitude (mm)	100	50	100	100	50	50	200	200	100	50	50	50	50	100
Passo (mm)	50	35	25	15	- 25	- 15	50	35	35	35	- 25	- 25	- 15	-
Tamanho de ranhura (mm)					10	8					4	6	12	

O tipo de parafuso usado é indicado mediante TZ, que indica um elemento de rosca que conta com um passo em forma trapezoidal. O termo RSE faz referência a um elemento de rosca invertido (ou um elemento de rosca que conta com um passo dirigido em direcção oposta, como os elementos S3, S4 na figura). O termo Argola faz referência a um elemento neutro que não *acarreta* uma acção de transporte. Cada elemento de rosca invertido pode incluir um buraco, cujo diâmetro se mostra na quinta fila da Tabela 1. A abertura de entrada para a injeção do fluido de extracção ou do solvente encontrava-se no

mesmo nível que o décimo elemento de rosca e tem um passo de 35 mm. A abertura de descarga situada na parte superior encontra-se situada no sétimo elemento de rosca e conta com um passo de 50 mm. A longitude da trajectória da extracção ou a distância entre a abertura de alimentação e a abertura de descarga é aproximadamente de 50 cm. Além disso, na parte superior situa-se uma abertura de descarga para lograr uma primeira expressão da matéria prima sem a adição do fluido de extracção ou do solvente, no nível do primeiro elemento de rosca, com um passo de 50 mm.

Com a ajuda de uma configuração como esta é possível conseguir um processo de extracção estável em direcção oposta a uma velocidade de 25 revoluções por minuto, com uma amperagem de 8 amperes e uma pressão na saída do extrusor de 2 bares. A temperatura da parede do extrusor durante a introdução e a descarga foi de 25°C e de 32°C respectivamente. Com esse marco, introduzem-se 210,00 g/min de chicória (ou seja, 186,90 g/min de água e 23,10 g/min de sólidos) no extrusor. Durante a primeira expressão da matéria prima extraem-se 125,66 g/min de chicória (ou seja, 116,49 g/min de água e 9,17 g/min de sólidos). Os restantes 84,34 g/min de chicória entraram em contacto com 125,00 g/min de água que iam a contracorrente na zona de extracção. Na Tabela 2 mostra-se a proporção de componentes. Analisaram-se os açúcares segundo seu tamanho molecular (monosacáridos, disacáridos, trisacáridos, etc..) com a ajuda de uma *CLARC*.

TABELA 2								
	Primeira expressão		Zona de extracção				Processo total	
	Chicória introduzida (g/min)	Chicória extraída (g/min)	Chicória introduzida (g/min)	Água introduzida (g/min)	Extraído por abertura de descarga (g/min)	Resíduos extraídos (g/min)	Total introduzido (g/min)	Total extraído (g/min)
água	186 90	116 49	70,41	125 00	103 14	86 73	311 90	306 36
Sólidos	23,10	9 17	13 93	-	2 86	11 27	23 10	23 31
Açúcares 1	5,00	3 25	1 74	-	1 05	0 52	5 00	4 82
2	2,69	1 57	1 12	-	0,53	0 30	2 69	2 40
3,4	1,58	1 19	0 38	-	0 34	0 09	1 58	1 62
5,6	0,90	0,63	0,27	-	0 23	0 13	0 90	0 99
7,8,9	0,18	0,15	0 03	-	0,08	0,03	0 18	0 27
Açúcares totais	10 33	6 80	3 53	-	2 24	1 07	10 33	10 10

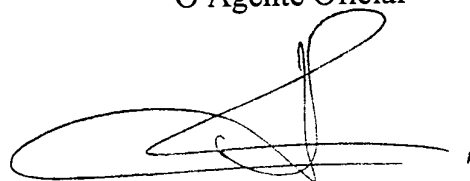
O rendimento da primeira fase de pressão (a proporção entre a quantidade de açúcares expressados e a quantidade de açúcares na matéria prima) é de 65%. O rendimento na zona de extracção (a proporção entre os açúcares extraídos e a quantidade introduzida na zona de extracção) é de 63%. O rendimento total do processo (a proporção entre a quantidade total de açúcares obtidos e a quantidade de açúcares contidos na matéria prima) é de 88%.

Em vista da curta duração sobre a que tem lugar a extracção em direcção oposta, o extrusor descrito passa a ser um extractor altamente eficaz.

Lisboa, 29 de Agosto de 2001.

Pela Requerente

O Agente Oficial



Gonçalo da Cunha Ferreira

Adjunto do Agente Oficial de
Propriedade Industrial

R. D. João V, 9-2.º dt.º - 1250 LISBOA

REIVINDICAÇÕES

1. Método para a extracção de uma substância a partir de um material de partida, caracterizado por o material de partida ser unido com um fluido de extracção em um extrusor, onde o material de partida é deslocado ao comprimento de um canal de extrusão em um dispositivo transportador e onde o extrusor contém, como mínimo, dois elementos que aumentam a pressão situados à parte, com uma zona de baixa pressão e uma zona de alta pressão localizadas na sua parte inferior entre esses elementos, caracterizado pelo facto de que o fluido de extracção é introduzido no extrusor através de uma abertura de alimentação que está situada na zona de alta pressão ou perto desta, é levado na zona de baixa pressão em direcção oposta à direcção de transporte do material de partida e descarregado do extrusor através de uma abertura de descarga que está situada na zona de baixa pressão ou perto dela, introduzindo-se continuamente o material de partida na zona de baixa pressão na direcção de transporte e produzindo uma descarga continuada do material de partida desde a zona de alta pressão na direcção de transporte.

2. Método segundo a reivindicação 1 caracterizado por pelo menos uma segunda zona de baixa pressão e uma zona de alta pressão estarem localizadas na parte inferior em relação com as primeiras zonas de baixa e alta pressão, onde um fluido de extracção é alimentado para o extrusor em ou perto da zona de alta pressão e onde o fluido de extracção é descarregado do extrusor na segunda zona de baixa pressão.

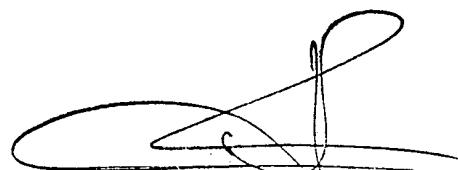
3. Método segundo a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por, depois da extracção, o material de partida ser alimentado desde o extrusor a uns meios de secado e/ou de pressão.

4. Método segundo uma das reivindicações precedentes, caracterizado por o material de partida ser um material orgânico.

5. Aparelho de extracção (1) para levar a cabo o método segundo as reivindicações 1 - 4 que inclui um extrusor que conta com um canal de enchido (4), um canal de extrusão (2) e um parafuso (S) localizados no canal de extrusão, com uma zona de baixa pressão (1) e uma zona de alta pressão (h) localizadas na sua parte inferior, caracterizado por uma abertura de alimentação (t2, t3, t4) estar feita na zona de alta pressão (h) ou perto desta na parede (3) do canal de extrusão (2) para introduzir o fluido de extracção e caracterizado por na zona de baixa pressão (1) ou perto dela, estar feita uma abertura de descarga (a2, a3, a4) na parede (3) do canal de extrusão (2) para descarregar o fluido de extracção subministrado, essa abertura de descarga (a2, a3, a4) contando com meios de filtragem através dos quais não pode passar o material de partida no canal de extrusão.

Lisboa, 29 de Agosto de 2001.

Pela Requerente
O Agente Oficial



Gonçalo da Cunha Ferreira
Adjunto do Agente Oficial de
Propriedade Industrial

R. D. João V, 9-2.º dt.º - 1250 LISBOA

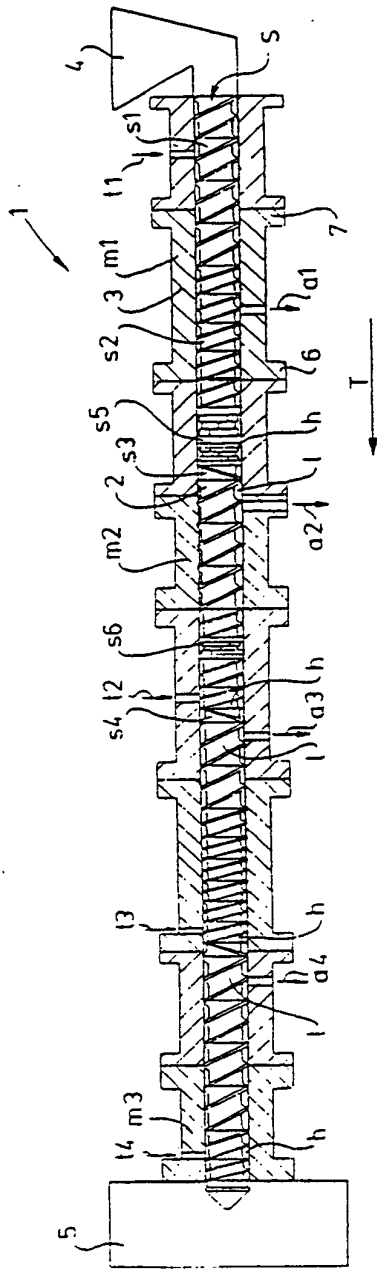


FIG. 1

[Handwritten signature]